

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
14. Juli 2005 (14.07.2005)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2005/063733 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: C07D 323/06

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2004/014535

(22) Internationales Anmelde datum:
21. Dezember 2004 (21.12.2004)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
103 61 516.4 23. Dezember 2003 (23.12.2003) DE

(71) Anmelder (*für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US*): BASF AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE];
. 67056 Ludwigshafen (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (*nur für US*): SIEGERT, Markus [DE/DE]; Brechtelstr. 14, 69126 Heidelberg (DE). LANG, Neven [DE/DE]; Dürerstr. 16, 68163 Mannheim (DE). STROEFER, Eckhard [DE/DE]; Karl-Kuntz-Weg 9, 68163 Mannheim (DE). STAMMER, Achim [DE/DE]; Buttstädt Str. 6, 67251 Freinsheim (DE). FRIESE, Thorsten [DE/DE]; Haardtstr. 20, 68163 Mannheim (DE). HASSE, Hans [DE/DE]; Schlehweg 25a, 67661 Kaiserslautern (DE).

(74) Anwalt: ISENBRUCK, Günter; Isenbruck, Bösl, Hörschler, Wichmann, Huhn, Theodor-Heuss-Anlage 12, 68165 Mannheim (DE).

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD FOR SEPARATING TRIOXANE FROM A TRIOXANE/FORMALDEHYDE/WATER MIXTURE BY MEANS OF PRESSURE CHANGE RECTIFICATION

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR ABTRENNUNG VON TRIOXAN AUS EINEM TRIOXAN/FORMALDEHYD/WASSER-GEMISCH MITTELS DRUCKWECHSEL-REKTIFIKATION

(57) Abstract: The invention relates to a method for separating trioxane from an inlet flow (I) consisting of formaldehyde, trioxane and water. Said method consists in a) preparing an inlet flow (I), which contains formaldehyde as the main component and trioxane and water as auxiliary components, b) mixing the inlet flow (I) with a return flow (VII) containing trioxane as the main component and formaldehyde and water as auxiliary components. An inlet flow (Ia), which contains formaldehyde as the main component and trioxane and water as the auxiliary components, is obtained. Said method also consists in c) distilling the inlet flow (Ia) in a first distillation step at a pressure of between 0.1 - 2.5 bars, thus enabling a flow (II), which contains formaldehyde as the main component and water as the auxiliary component, and a flow (III), which contains trioxane as the main component and water and formaldehyde as the auxiliary components, to be obtained, d) distilling the flow (III), optionally after separating materials at a low-boiling point from the flow (III) in a low-boiling separation step and in a second distillation step at a pressure of between 0.2 - 17.5 bars, whereby the pressure in the second distillation step is 0.1 - 15 bars higher than the pressure in the first distillation step. A flow (IV) is obtained which is essentially made of trioxane, and also a flow V which contains trioxane as the main component and water and formaldehyde as the auxiliary components, e) optionally mixing the flow (V) with a flow (IX), which contains water as the main component, in order to obtain a flow (Va) having a higher water content than flow (V), whereby flow (Va) contains trioxane as the main component and water and formaldehyde as the auxiliary components, f) distilling the flow (V) and/or flow (Va) in a third distillation step at a pressure of between 1 - 10 bars, whereby a flow (VI), which is essentially made of water, and the return flow (VII), which contains trioxane as the main component and water and formaldehyde as the auxiliary components, are obtained.

(57) Zusammenfassung: Verfahren zur Abtrennung von Trioxan aus einem Einsatzstrom (I) aus Formaldehyd, Trioxan und Wasser, bei dem a) ein Einsatzstrom (I), der als Hauptkomponente Formaldehyd und als Nebenkomponenten Trioxan und Wasser enthält, bereitgestellt wird, b) der Einsatzstrom (I) mit einem Rückführstrom (VII), der als Hauptkomponente Trioxan und als Nebenkomponenten Formaldehyd und Wasser enthält, gemischt wird, wobei ein Einsatzstrom (Ia), der als Hauptkomponente Formaldehyd und als Nebenkomponenten Trioxan und Wasser enthält, erhalten wird, c) der Einsatzstrom (Ia) in einer ersten Destillationsstufe bei einem Druck von 0,1 bis 2,5 bar destilliert wird, wobei ein Strom (II), der als Hauptkomponente Formaldehyd und als Nebenkomponente Wasser enthält, und ein Strom (III), der als Hauptkomponente Trioxan und als Nebenkomponenten Wasser und Formaldehyd enthält, erhalten werden, d) der Strom (III), gegebenenfalls nach Abtrennung von Leichtsiedern aus dem Strom (III) in einer Leichtsieder-Abtrennstufe, in einer zweiten Destillationsstufe bei einem Druck von 0,2 bis 17,5 bar destilliert wird, wobei der Druck in der zweiten Destillationsstufe um 0,1 bis 15 bar höher als der Druck in der ersten Destillationsstufe ist, wobei ein Strom (IV), der im wesentlichen aus Trioxan besteht, und ein Strom (V), der als Hauptkomponente Trioxan und als Nebenkomponenten Wasser und Formaldehyd enthält, erhalten wird, e) gegebenenfalls der Strom (V) mit einem Strom (IX), der als Hauptkomponente Wasser enthält, gemischt wird, wobei ein Strom Va mit höherem Wassergehalt als Strom (V), wobei der Strom (Va) als Hauptkomponenten Trioxan und als Nebenkomponenten Wasser und Formaldehyd enthält, erhalten wird, f) der Strom

WO 2005/063733 A1

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]



(81) Bestimmungsstaaten (*soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart*): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

(84) Bestimmungsstaaten (*soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart*): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU,

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(V) bzw. (Va) in einer dritten Destillationsstufe bei einem Druck von 1 bis 10 bar destilliert wird, wobei ein Strom (VI), der im wesentlichen aus Wasser besteht, und der Rückführstrom (VII), der als Hauptkomponente Trioxan und als Nebenkomponenten Wasser und Formaldehyd enthält, erhalten werden.